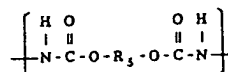
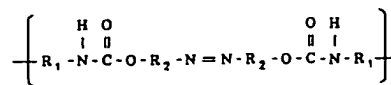


(54) COATING RESIN

- (11) 1-230604 (A) (43) 14.9.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-57774 (22) 11.3.1988
 (71) DAINIPPON INK & CHEM INC (72) KOJI KINOSHITA(2)
 (51) Int. Cl⁴. C08F4/04

PURPOSE: To improve the balance among hardness, elongation, stain resistance, adhesion, weatherability, low-temp. flexing characteristics, pigment dispersion, drying characteristics etc., by polymerizing a compd. contg. a polymerizable unsatd. bond in the presence of a specified compd.

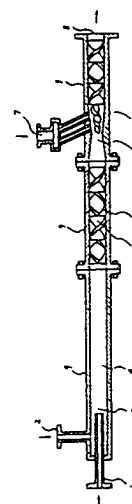
CONSTITUTION: A polymeric azo initiator (B) having a number, average MW of 1,500~50,000 and being a compd. having a constitutional units of formula I [wherein R₁ is an alkylene (contg. a benzene ring or a cyclohexane ring); R₂ is an alkylene (contg. cyano), an alkylene contg. an amide bond (and OH)] and a constitutional unit of formula II [wherein R₃ is a polyester (polyurethane) polyol residue, a polyurethane polyol residue, a polyether polyol residue, a polyether polyester (polyurethane) polyol residue or a polyether polyurethane polyester residue] is obtd. by reacting a di- or poly-ol compd. (a), a di- or polyisocyanate compd. (b) and a compd. (c) having one or more diazo bonds and two or more OH groups in the molecule. 98~5wt.% polymerizable unsatd. monomer having a glass transition temp. of its homopolymer of 0~100°C is polymerized in the presence of 2~95wt.% component B.

**(54) METHOD AND APPARATUS FOR PRODUCTION OF COAGULATED RESIN**

- (11) 1-230605 (A) (43) 14.9.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-59114 (22) 11.3.1988
 (71) HITACHI CHEM CO LTD (72) TETSUO KANEYASU(2)
 (51) Int. Cl⁴. C08F6/22

PURPOSE: To recover efficiently a coagulated resin from a latex by forming a coagulated mass obtd. from a thermoplastic resin latex and a coagulating liq. into small granules to prepare a slurry of coagulated particles and bringing it into contact with steam in a specified tubular apparatus.

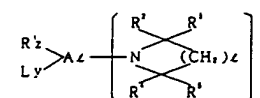
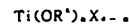
CONSTITUTION: A latex of a thermoplastic resin in a heat insulating tank for the latex and a coagulating liq. in a heat insulating tank for the coagulating liq. are respectively fed from feed ports 1 and 2 by means of a metering pump into a coagulating section 3 and brought into contact with each other at a softening temp. or below of the thermoplastic resin to obtain a coagulated mass, which is formed into small granules in a granulator 4 for coagulated particles to form a slurry of coagulated particles. Then, this slurry is fed to a homogenizer 5 for the coagulated particles having a mixing mechanism such as a mixing element 10 to make the particle diameter uniform and then fed to a steam contacting part 6 having a mixing element 10 to bring it into contact with steam introduced from a feed port 7 at a softening temp. or higher of the thermoplastic resin and a slurry of coagulated particles is led flow out from an outlet 8. Furthermore, this slurry is dehydrated and dried and, pelletized as necessary.

**(54) PRODUCTION OF α -OLEFIN POLYMER**

- (11) 1-230606 (A) (43) 14.9.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-266770 (22) 21.10.1988 (33) JP (31) 87p.274773 (32) 29.10.1987
 (71) SUMITOMO CHEM CO LTD (72) TOSHIO SASAKI(3)
 (51) Int. Cl⁴. C08F10/00, C08F4/642

PURPOSE: To reduce a catalyst residue and an amorphous polymer and to improve mechanical properties and processability by polymerizing α -olefin in the presence of a specified catalyst.

CONSTITUTION: A catalyst is obtd. by compounding a solid catalyst component (a) contg. at least Ti, Mg, a halogen and an electron donor, which is a solid catalyst component contg. a trivalent titanium compd. obtd. by treating a solid obtd. by reducing a titanium compd. of pref. formula I (wherein R⁶ is a 1~20C hydrocarbon group; X is a halogen; n is 0<n≤4) with an org. magnesium compd. in the presence of a silicon compd. having an Si-C bond with an ester compd. and thereafter treating the solid with an ether compd. and TiCl₄ and an aluminum amide compd. (b) having steric hindrance of formula II (wherein R¹~³ are each R⁶; L is a 1~20C alkoxy and/or a halogen; l is 2~3; x is 0<x<1; y is 0≤y<3; z is 0<z<3 and x+y+z=3). An α -olefin is polymerized in the presence of this catalyst in an inert gas in the absence of water at -30~200°C.



⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-230605

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)9月14日

C 08 F 6/22

MFU

7311-4J

審査請求 未請求 請求項の数 8 (全9頁)

⑮ 発明の名称 凝固樹脂の製造方法及び製造装置

⑯ 特 願 昭63-59114

⑰ 出 願 昭63(1988)3月11日

⑱ 発 明 者 金 安 哲 男 千葉県市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場内

⑲ 発 明 者 竹 内 白 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号 日立化成工業株式会社内

⑳ 発 明 者 森 岡 勇 二 千葉県市原市五井南海岸14番地 日立化成工業株式会社五井工場内

㉑ 出 願 人 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号

㉒ 代 理 人 弁理士 若林 邦彦

明 細 書

1. 発明の名称

凝固樹脂の製造方法及び製造装置

2. 特許請求の範囲

1. 熱可塑性樹脂ラテックスと凝固液とを、該熱可塑性樹脂の軟化温度以下の温度で接触させ、凝固塊を生成させる工程(a)、該凝固塊を小塊にして凝固粒子スラリーを生成させる工程(b)、凝固粒子スラリーの粒径を均一化する工程(c)及び粒径が均一化された凝固粒子スラリーとスチームとを該熱可塑性樹脂の軟化温度以上の温度で接触せしめる工程(d)を含むことを特徴とする凝固樹脂の製造方法。

2. 工程(b)を、細管を用いて行なう請求項第1項記載の凝固樹脂の製造方法。

3. 工程(c)および/または工程(d)を、静止型混合器を用いて行なう請求項第1項又は第2項記載の凝固樹脂の製造方法。

4. 工程(a)、工程(b)、工程(c)および工程(d)のための装置機構を順次連結した管型装置内で各工程

を連続的行なう請求項第1項、第2項又は第3項記載の凝固樹脂の製造方法。

5. ラテックス導入口と凝固液導入口を有する凝固部、凝集塊を粗砕して凝固粒子スラリーを得る凝固塊粗砕部、凝固粒子スラリーを均一化する凝固粒子均一化部並びにスチーム導入口及び凝固粒子スラリー流出口を有し、凝固粒子スラリーとスチームとを接触させるスチーム接触部を順次連結してなる凝固樹脂の製造装置。

6. 凝固塊粗砕部が細管である請求項第5項記載の凝固樹脂の製造装置。

7. 凝固粒子均一化部及び/又はスチーム接触部が静止型混合器である請求項第5項又は第6項記載の凝固樹脂の製造装置。

8. 一本の管型装置である請求項第5項、第6項又は第7項記載の凝固樹脂の製造装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、熱可塑性樹脂ラテックスから凝固樹脂を製造する方法及びその製造装置に関する。

(従来の技術)

乳化重合等で得られた熱可塑性樹脂ラテックス(以下、ラテックスと略称する)より重合物を回収する方法として、安定化状態にあるラテックスに無機塩類や無機酸、有機酸または親水性極性溶剤の1種以上を加えることによつてミセルの破壊及び重合物粒子の凝集を起こさせ重合物を塊状の形で得る凝固操作が一般的に行なわれている。凝固操作で得られた凝固粒子は洗浄・脱水・乾燥を行なつたあと多くの場合安定剤やその他の添加剤を配合したり、あるいは更に他の重合体と混合したのちペレットにしたりして用いられているが、これら一連の凝固後の操作の難易は凝固によつて得られる凝集粒子の状態(粒径、粒径分布、嵩密度、硬さなど)に大きく左右される。たとえば、微粒子の多い凝固粒子では、洗浄・脱水工程を経ても含水率の高い湿粉しか得られず、凝固剤残存率が高くなる。また、脱水工程で遠心分離機の帆布の目詰り、脱水不良現象を引き起こす原因となる。また、乾燥工程では、微粒子の飛散、回収率

の低下、さらには得られた粒子をペレット化する際のルーダー内でのくい込み不良等の問題が発生する。一方、巨大粒子の多い凝固粒子では、その内部に含まれる水分の除去が容易でなく、また配管詰りなどの移送上のトラブルを生ぜしめる。したがつて、常に目的とする凝固粒子を効率よく回収する凝固法の確立が望まれていた。その具体的な方法として大別して、(1)攪拌槽内でラテックスと凝固液を攪拌混合する攪拌槽方式(特公昭46-17121号公報、特開昭57-98503号公報)、(2)ラテックスと凝固液を並流となし、層流状態で両液を接触させる並流接触方式(特公昭46-32055号公報)、(3)スプレー方式(特公昭57-5256号公報、特開昭56-30403号公報、特開昭56-95905号公報)、(4)押出賦形方式(特公昭42-22295号公報、特公昭42-22684号公報、特公昭50-17227号公報)などがある。

(発明が解決しようとする課題)

攪拌槽方式では、その構造上凝固粒子の粒径分

布の広範囲化は避けられず、また、高い凝固粒子濃度で操作するには限界がある。特公昭46-32055号公報に記載の並流接触式は、具体的には、凝固液流中に配置されるノズルからラテックスを流出させるものであり、この方法ではラテックスを流出させるノズル孔径によつて凝固粒子の大きさが決まる。この方法は、凝固粒子の粒径分布を狭くする点は改良されているものの、巨大粒子の生成を抑制するためにはノズル孔径を大きくすることができず、ノズル部閉塞のトラブルが生じ易いし、やはり、高い凝固粒子濃度で操作するには限界がある。

スプレー方式は適用できるラテックスに制限があるうえ、装置が大型化するという欠点がある。押出賦形方式では、一般的に、一応一定の形状のペレットとして凝固粒子が得られるが、このペレットは破壊し易く、場合によつては微粒子化まで進行する難点があり、そのため硬化工程を必要とし、装置が複雑化・大型化する。また、特公昭50-17227号公報に記載の方式は、工程の簡略化という点は改良されているが、ラテックス

の軟化温度が100℃～300℃という制限があるうえ、大量処理には適していない。

本発明は、これらの課題を解決するものであり、ラテックスから凝固樹脂を回収する際に、脱水・乾燥・ペレット化等の各工程が効率よく行なえるような平均粒径および粒径分布をもつ凝固粒子を高濃度スラリー状態で連続的に得る方法及びその製造装置に関する。

(課題を解決するための手段)

本発明は、熱可塑性樹脂ラテックスと凝固液とを、該熱可塑性樹脂の軟化温度以下の温度で接触させ、凝固塊を生成させる工程(a)、該凝固塊を小塊にして凝固粒子スラリーを生成させる工程(b)、凝固粒子スラリーの粒径を均一化する工程(c)及び粒径が均一化された凝固粒子スラリーとスチームとを該熱可塑性樹脂の軟化温度以上の温度で接触せしめる工程(d)を含むことを特徴とする凝固樹脂の製造方法及び凝固樹脂の製造装置に関する。

本発明に使用される熱可塑性樹脂ラテックスは通常の乳化重合等によつて得られるものであれば

等に制限はない。具体的にはゴム質重合体に、ステレン、 α -メチルスチレン等のビニル芳香族炭化水素、アクリロニトリル、メタクリロニトリル等のビニルシアン化合物、アクリル酸エステル、メタクリル酸エステルなどのビニル単量体の1種もしくは2種以上を重合させて得たグラフト重合体ラテックス、前記ビニル単量体の1種もしくは2種以上から得られるビニル系(共)重合体ラテックス、前記グラフト重合体ラテックス及び前記ビニル系(共)重合体ラテックスを含有する重合体混合ラテックスなどがあり、これらの熱可塑性樹脂ラテックス中に抗酸化剤、熱、光安定剤などの添加剤の加えられたものであつても支障はない。

本発明に用いられる凝固液には凝固剤が含有されている。凝固剤とは、熱可塑性樹脂ラテックス(以下、単にラテックスという)の樹脂分を凝集分離させる働きをもつものである。凝固剤としては通常のラテックスの凝固に用いられるもので良く無機塩、無機酸、有機酸等を用いることができる。具体的には塩化カルシウム、塩化ナトリウム、

硫酸マグネシウム、硫酸アルミニウム、カリウム、硫酸、塩酸、硝酸などを けることができる。これら凝固剤の使用量はラテックスの樹脂分濃度、凝固性、乳化剤量等及び使用する凝固剤の凝固能力などによつて適宜定められる。これらの凝固剤は、充分な凝固能力と経済性の両面から、一般には、無機塩の場合はラテックス中の樹脂分100重量部に対して2~10重量部使用するのが好ましく、酸類はラテックス中に含まれる乳化剤の1.0~1.5倍重量使用するのが好ましい。該凝固剤は、水などの溶媒に溶かして凝固液とされ使用される。

次に、本発明の各工程について説明する。

先ず工程(a)は、ラテックスと前記凝固液を接触させ、凝固塊を得る工程であり、工程(b)は、これを粗碎して凝固塊内部に凝固液を分散させ凝固粒子スラリーを得る工程である。接触させる方法としては、第3図(b)に示すような装置を用いる並流方式等がある。また、接触(工程a)と粗碎(工程b)を兼ねたものとして第3図(a)に示すよ

うな装置を用いる攪拌混合式等がある。両図において1はラテックス導入口、2は凝固液導入口である。高濃度で凝固粒子を扱えるという点からは攪拌混合式が好ましい。工程(a)では凝固部外筒9あるいはラテックス導入口1での凝固樹脂の閉塞によるトラブル、または、巨大凝固塊生成によるトラブルを防止するためラテックスと凝固液をラテックスに含まれる樹脂の軟化温度以下の温度で接触させることが必要である。過度の細粒化を防止するためには、好ましくは樹脂の軟化温度未満、樹脂の軟化温度-30℃以上で接触させることが必要である。

なお、本発明における軟化温度は、高化式フローテストによる定速昇温試験で、樹脂粒子が変形を開始したと判断できる温度をいう。

工程(a)における接触温度は、ラテックス及び凝固剤を予め所定の温度で保温して供給することにより調整することができる。

次いで、工程(b)では、工程(a)で得られた凝固塊内部に凝固液を分散させ、未凝固ラテックスの残

存による工程(c)でのトラブルを防ぐため、方式に応じた十分な攪拌力を確保するとともに、滞留時間を2秒以上、好ましくは5秒以上確保する必要がある。なお滞留時間を必要以上に大きくすることは、装置の大型化につながるため経済的な観点からも加味して決定されるべきである。

工程(b)は、細管を用いて行なうと、装置が簡単でかつ適度な小塊が得られるので好ましい。細管を用いる場合、十分な攪拌能力を得るためには、流速と管径の関係が、 $\text{流速}/\text{管径} > 7$ (単位: 1/秒)であることが好ましく、また、管長と管径の関係が、 $\text{管長}/\text{管径} > (1.12 \times \text{スラリー濃度})$ とするのが好ましい。

次いで工程(c)は、工程(b)で得られた凝固粒子スラリー中に存在する凝固粒子表面に、瞬間的に不均等で作用点が時間と共に移動し、統計的に一般化した剪断応力を加えることにより、凝集粒子を構成する微粒子の配置換えを生じさせ、凝集粒子を圧密化させると同時に凝集粒子を構成する微粒子間の結合力の弱い接触点では、この結合を分断

して、統計的に均一な粒子径の凝集粒子スラリーを得る工程である。

本工程を経ないで工程(b)から工程(d)に移つた場合は、工程(d)で巨大粒子生成によるトラブルが生じる。但し、工程(a)で攪拌混合式の装置を用いた場合には省略が可能な場合もある。工程(c)として第4図(a)及び(b)の攪拌型混合器式、第4図(c)の静止型混合器式等の方法があり、高濃度で凝固粒子を扱えるという点からは静止型混合器を用いて行なう方法が好ましい。さらに、静止型混合器の混合エレメントとしては「化学工学の進歩」16(横書店出版)の第129頁表6.2に記載されるように、各種のものが考えられ実用化されているが、なかでもスタティックミキサー(Kenics社製、商品名)等のように構造が単純で凝固粒子スラリーを扱うのに適したものが好ましい。なお、混合エレメントは6以上あるものが好ましい。

本工程は、巨大粒子生成によるトラブルを防止するため、樹脂の軟化温度未満の温度で行なうことが好ましく、特に樹脂の軟化温度未満、かつ樹

脂の軟化温度-30℃以上で行なうことが好ましい。また、本工程で粒子径が均一な凝固粒子を得るための流速・滞留時間等の条件は適定した使用される各混合器に応じてそれぞれ決められる。

工程(d)は工程(c)で粒子径の均一化された凝固粒子スラリーを、高温スチームと接触させることにより樹脂の軟化温度以上、好ましくは樹脂の軟化温度以上、樹脂の軟化温度+30℃以下に加熱させ、均一に粒子を肥大化させるために必要である。本工程での凝固粒子スラリーの温度を調節することにより凝固粒子の粒子サイズを調整することが可能となるが、樹脂の軟化温度未満では粒子の肥大化が生ぜず、樹脂の軟化温度+30℃を超えるると巨大粒子生成によるトラブルが生じる傾向がある。また、加熱方式としては、瞬間的にかつ均一に加熱でき、壁への付着が防止できる点からスチーム接触による加熱方式が必要である。工程(d)における温度は、スチームの温度と流量を調節することにより決定できる。スチーム接触方式としては第5図の(a)に示すような管式のもの、第5図の

(b)に示すような内部に混合エレメントを有した管式のものなどがあり、凝固粒子の粒径分布を均一にし、かつ高濃度で凝固粒子を扱えるという点からは後者のものが好ましい。また、スチームとの接触を均一に行なうためには、凝固粒子スラリーの流速は0.5~2m/秒、滞留時間は0.1秒以上であるのが好ましい。本発明の凝固樹脂の製造方法は、例えば工程(a)、工程(b)、工程(c)及び工程(d)のための装置機構を順次連結した一本の管型装置を用いて行なわれる。第1図及び第2図に示されるような装置を用いて行なうと閉塞等のトラブルが生じにくいので特に好ましい。

以下に本発明の製造方法の行なわれる管理装置の一例に関して詳述する。第1図及び第2図は、この装置の一例を示すものであり、第1図は外観図、第2図は、第1図に示される装置の断面図である。凝固部3は、ラテックス導入口1と凝固液導入口2を有し、ラテックスと凝固液は樹脂の軟化温度未満の温度で接触させる。凝固部3への各液の供給は、ラテックス保溫槽及び凝固液保溫槽

から、各々、定量ポンプをとおして行なうことができる。各液を接触せしめて得た凝固塊は、凝固粒子粗砕部4を通過して凝固粒子スラリーとなる。凝固粒子粗砕部4の好ましい管長、管径及び流速の関係は、前述のとおりである。凝固粒子粗砕部4に続いて凝固粒子均一化部5が連結される。凝固粒子均一化部5は、混合エレメント10のような混合機構を有するものである。続いてスチーム接触部6が連結される。スチーム接触部6は、スチーム導入口7を有し、さらにスチームを均一に接触させるための混合エレメント10及び凝固粒子スラリー流出口8を有する。スチーム接触部の温度は、スチーム流量の調節によつて決定できる。各部はフランジ接続などにより滑らかな流路、即ち同一内径の管路で連結されている。

本発明によつて得られた均一な凝固樹脂粒子を含むスラリーは、遠心分離機等で脱水し、得られた湿粉を気流乾燥機、バドルドライヤー等で乾燥して、凝固樹脂粒子を得ることができる。

得られる凝固樹脂粒子は、例えば、二軸又は単

軸の押出機等でペレット化され、成形品用の熱可塑性樹脂とすることができる。

(作用)

工程(a)では、ラテックスと凝固液を単に接触させるだけで凝集塊が生成する。この際に樹脂の軟化温度以上にすると凝固粒子径の均一化を保つためにはラテックスノズルの細孔化あるいは強力な攪拌を必要とするなど操作が面倒になるとともに、ラテックス状態による付着の蓄積が避けられず閉塞トラブルが発生しやすい。このような問題点を解決するため、凝固部では樹脂の軟化温度以下で操作しラテックスを凝固させる機能のみを課し、幅広い操作条件に対応できるようにしている。

工程(b)は、凝固部で得られた凝固塊を粗砕して未凝固ラテックスを残らないようにし、工程(c)で均一な粒子径の粒子を得るための準備工程である。工程(b)は、単に円管内を通すことによつても、円管内を流体が流れる際に、流体粘度に起因する剪断応力が発生するので、適度な管径、流速によつて、適度な小凝固塊を得ることができる。工程(b)

で得られる小凝固塊は、ラテックス粒子がランダム凝集したものである。

工程(c)は、ランダム凝集した凝固粒子に均一な剪断応力を加え、粒子を圧密化すると同時に粒子径を均一化して工程(d)での均一な肥大化をはかるための準備工程である。工程(c)で、静止型混合機を用いると特に剪断応力が均一に与えることができ、均一な粒子径を得ることができる。

工程(d)は、予め均一化された凝固粒子スラリーに直接スチームを接触させ均一に短時間のうちに樹脂の軟化温度以上に加熱させるため凝固粒子同志の融着によりより緻密で均一な肥大化が可能となる。したがって加熱温度を調整することにより、平均粒径の調整も容易に行なえる。工程(d)においても、静止型混合機を用いると、均一な剪断応力が得られるので好ましい。

また、本発明の第2の製造装置の発明では、全体が管路で構成できるため閉塞によるトラブルが生じにくい。

(実施例)

次に本発明を実施例により、さらに詳述する。

実施例1

下記の重合処方によりラテックスを得た。

(1) 架橋アクリルゴムラテックスの製造

イオン交換水2000部に乳化剤(脂肪酸石ケン、ノンサールTN-1日本油脂(株)商品名)12重量部を溶解させた水溶液、別途調整したイオン交換水200重量部に過硫酸カリウム1.2重量部および亜硫酸ナトリウム0.24重量部を溶解した水溶液並びにポリブタジエンゴムラテックス300部(固形分)を反応容器内に仕込み、混合攪拌した後、アクリル酸ブチルエステル1176重量部およびトリアリルイソシアヌレート24重量部よりなる単量体溶液を添加し、攪拌速度を昇温し、重合率40%の時点でさらに乳化剤(ノンサールTN-1)4重量部を溶かしたイオン交換水200重量部を添加した。

重合は60~65℃で2時間、85~90℃で3時間行ない、架橋アクリル系ゴムラテックス(1)を得た。重量率は99%であつた。

(2) 架橋アクリルゴムラテックス存在下の乳化重合

TKホモミキサー(特殊機化工業(株)製)を備えた容器に、イオン交換水1200重量部にロングリット28重量部および乳化剤(ノンサールTN-1)6.4重量部を溶解したものを入れ、ステレン600重量部、アクリロニトリル200重量部、キヌメンハイドロパーオキサイド28重量部およびターシャリドデシルメルカプタン22重量部よりなる単量体溶液を加えて、攪拌速度を4m/secでホモミキサー処理を5分間行なつた後、架橋アクリルゴムラテックス200重量部(固形分)を添加し、攪拌速度4m/secでホモミキサー処理を30分間行なつた。その後攪拌速度を低下し、70℃で12時間、さらに90℃で4時間重合を行なつた。

得られた熱可塑性樹脂の軟化温度を測定したところ85℃であつた。

なお、以下に軟化温度の測定条件を示す。

測定装置：島津フローテストCFE-500
シリンダー断面積：1cm²

荷重: 10 kgf

昇温速度: 3℃/min

試料重量: 約1 g

プランジャー降下量を縦軸、時間を横軸とし、この関係をグラフにして、得られる曲線の最初の立上がりの接線と変形前の水平線の延長線の交点を変形開始点、即ち軟化温度とした。

得られたラテックスから次の題機により凝固樹脂の回収を試みた。凝固樹脂の製造装置としては第2図に示した型のものを用い、その仕様は次の通りである。

凝固及び粗砕部外筒内径 25 mmφ
凝固及び粗砕部長さ 1750 mm
ラテックス導入口内径 17.5 mmφ
凝固粒子均一化部 脚ノリタケ製N60型
ステアタイトミキサー
(内径25 mmφ, 長さ275 mm, エLEMENT数6)
スチーム接触部 脚ノリタケ製クッカー
NST-D25型
(内径25 mmφ, 長さ425 mm, エLEMENT数10ヶ)

内容積100ℓの攪拌槽内に凝固液(カリミヨウバン5重量%の水溶液)を16 kgとり、70℃に設定した後、実施例1で用いたラテックスと同じ70℃のラテックス80 kgを連続的に2時間かけて攪拌槽内に添加して凝固させた。凝固終了後、さらに、攪拌槽内を95℃に昇温し、1時間保持した後、実施例1と同様な方法で凝固粒子の粉体特性を測定した結果を第1表に示した。実施例1と比較して径238 μm以上の巨大粒子および径0.25 μm以下の微粒子が多く、また均等数も低く好ましくないことが明らかである。

実施例2

スチーム接触部で凝固粒子スラリーを98℃に昇温した以外は実施例1と同一のラテックス・凝固液および凝固装置を用いかつ同一の条件および方法で凝固粒子スラリーを得た。さらに実施例1と同様な方法で凝固粒子の粉体特性を測定した結果を第1表に示したが、実施例1よりさらに径0.25 μm以下の微粒子が少ない良好なものであった。

上記重合により 70℃の熱可塑性樹脂ラテックス(樹脂分濃度33重量%)を、流量240 kg/時間で凝固部10のラテックス導入口1より、また、70℃の凝固液(カリミヨウバン2重量%の水溶液)を流量240 kg/時間で凝固部10の凝固液導入口2にそれぞれ供給し接触せしめて凝固粒子スラリーを得る。この凝固粒子スラリーを凝固粒子粗砕部4を通過させ、続いて凝固粒子均一化部5に導き、さらに、スチーム接触部6でスチームと混合し95℃まで昇温し凝固粒子スラリー導出口8より凝固粒子濃度が16.5重量%の凝固スラリーを得た。

得られた凝固粒子スラリーを水洗した後、脱水・乾燥させたところ硬度が高くかつ均質な顆粒状の凝固粒子が得られ、これを篩分けしたところ第1表のような粉体特性の測定結果が得られたが、径238 μm以上の巨大粒子が全くなかつ径0.25 μm以下の微粒子が少ない良好なものであった。

比較例1

実施例3

スチーム接触部で凝固粒子スラリーを90℃に昇温した以外は実施例1と同一のラテックス、凝固液および凝固装置を用いかつ同一の条件および方法で凝固粒子スラリーを得た。さらに実施例1と同様な方法で凝固粒子の粉体特性を測定した結果を第1表に示したが、実施例1と比較して径0.25 μm以下の微粒子が増えたが良好なものが得られた。また実施例1、実施例2および実施例3の結果をスチーム接触部における凝固粒子スラリーの温度と重量平均径および均等数 n の関係について示したのが第6図である。第6図より、スチーム接触部での温度を調整することにより粒径分布のシャープさを維持しながら重量平均粒径を調整できることが明らかである。

比較例2

スチーム接触部で凝固粒子スラリーを80℃に昇温した以外は、実施例1と同一のラテックス、凝固液および凝固装置を用いかつ同一の条件および方法で凝固粒子スラリーを得た。さらに、実施

例1と同様な方法で凝固粒子の粉体特性を測定した結果を第1表に示した。スチーム混合部の温度が樹脂の軟化温度85℃より低いと、粒径0.25mm以下の凝固粒子が多く、また、かさ比重が比較的 low、好ましくないことが明らかである。

実施例4

スチーム接触部で凝固粒子スラリーを90℃に昇温し、かつラテックスの流量を480kg/時間および凝固液の流量を240kg/時間でそれぞれ凝固部へ供給した以外は、実施例1と同一のラテックス、凝固液および凝固装置を用い、かつ同一の条件および方法で凝固粒子スラリーを得た。このときの凝固粒子スラリー流出口7での凝固粒子濃度は22重量%であつた。さらに、実施例1と同様な方法で凝固粒子の粉体特性を測定した結果を第1表に示したが、実施例1と同様に良好なものであつた。



第1表

項目 試験番号	重量平均粒径 (mm)	粒径分布 (重量%)					均等数 ^(E) n	かさ比重 g/cm ³
		23.8mm以下	23.8~100mm	100~0.59mm	0.59~0.25mm	0.25mm以下		
実施例1	0.43	0.0	15.8	19.0	40.2	25.0	1.23	0.38
比較例1	0.24	6.6	13.8	8.5	23.1	48.0	0.60	0.41
実施例2	0.45	0.0	13.5	18.2	50.5	17.8	1.34	0.39
実施例3	0.37	0.0	11.2	18.7	38.3	31.8	1.18	0.40
比較例2	0.35	0.0	8.3	15.7	33.6	42.4	1.31	0.35
実施例4	0.44	0.0	16.8	18.4	40.3	24.5	1.18	0.38

注) ロジングラム上に粒径分布を表示した時の均等数 (大きい値ほど分布は狭くなる)

(発明の効果)

本発明の製造方法は上記に示す如く工程(a)では樹脂の軟化温度以下の温度でラテックスと凝固液を接触させ、工程(b)で粗砕することにより凝固粒子スラリーを得るとともに、工程(c)で均一化された上記凝固粒子スラリーは工程(d)で樹脂の軟化温度以上の温度に加熱され、上記加熱温度に応じた粒径の凝固樹脂が製造できるよう構成されている。

従つて以後の後処理工程で効率よく処理できるような平均径、粒径分布、かさ比重の凝固粒子が連続的に得られ、かつスチーム混合部の温度を調節することにより容易に平均粒径を調整できる等の効果を有する。

また、本発明の製造装置を使用すると、凝固粒子の高密度化が図れるとともに、粒径の操作範囲を広くとることができる。また、滞留時間の短縮が可能であるとともに、装置の小型化が可能である。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の方法に使用される本発明の

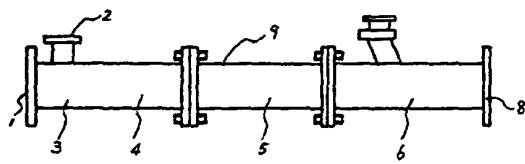
装置の発明の一例を示す外觀図、第2図は、第1図の断面図、第3図は、本発明の方法において工程(a)及び工程(b)に用いられる装置例の断面図、第4図は、本発明の方法において工程(c)に用いられる装置例の断面図、第5図は、本発明の方法において工程(d)に用いられる装置例の断面図、第6図は、工程(d) (スチーム接触部) における凝固スラリーの温度と重量平均粒径及び均等数の関係を示したグラフである。

符号の説明

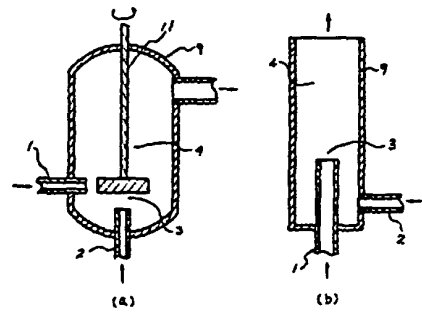
- 1…ラテックス導入口 2…凝固液導入口
- 3…凝固部 4…凝固粒子粗砕部
- 5…凝固粒子均一化部 6…スチーム接触部
- 7…スチーム導入口
- 8…凝固粒子スラリー流出口
- 9…外筒 10…混合エレメント
- 11…攪拌機

代理人 弁理士 若 林 邦 彦

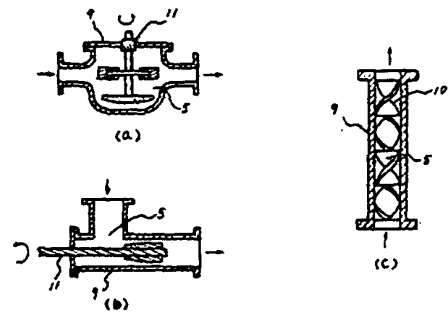




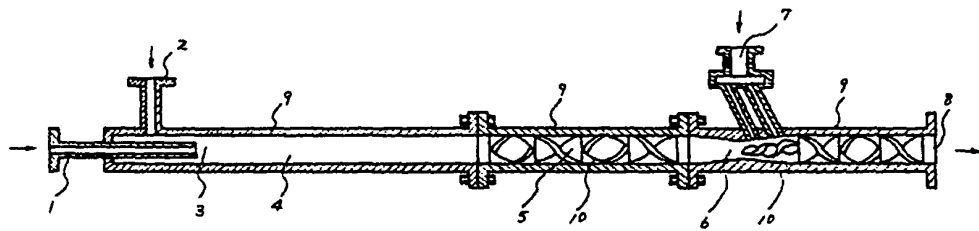
第 1 図



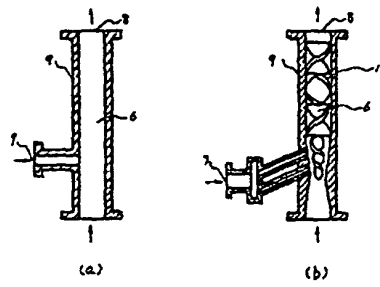
第 3 図



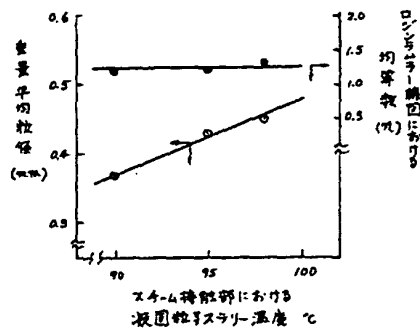
第 4 図



第 2 図



第 5 図



第 6 図